

=> s de4102745/pn

L3 1 DE4102745/PN

=> d 13 all

L3 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2001 ACS

| Full Text | Citing References |
|---|--------------------------------------|
| AN 1992:594076 CAPLUS | |
| DN 117:194076 | |
| TI Manufacture of surfactant mixture containing alkyl sulfate by spray drying | |
| IN Seiter, Wolfgang; Pioch, Lothar; Kiewert, Eva; Kihn-Botulinski, Martina | |
| PA Henkel K.-G.a.A., Germany | |
| SO Ger. Offen., 5 pp. | |
| CODEN: GWXXBX | |
| DT Patent | |
| LA German | |
| IC ICM C11D010-02 | |
| ICS C11D011-02; C11D001-83 | |
| ICA D06L001-12 | |
| ICI C11D010-02, C11D001-14, C11D001-66, C11D003-08, C11D003-10, C11D003-04, C11D003-12, C11D003-395 | |
| CC 46-5 (Surface Active Agents and Detergents) | |
| FAN.CNT 1 | |
| PATENT NO. | KIND DATE APPLICATION NO. DATE |
| ----- | ----- |
| PI DE 4102745 | A1 19920806 DE 1991-4102745 19910130 |
| WO 9213938 | A1 19920820 WO 1991-EP2449 19911219 |
| W: JP, KR, US | |
| RW: AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IT, LU, MC, NL, SE | |
| EP 569371 | A1 19931118 EP 1992-901089 19911219 |
| EP 569371 | B1 19960131 |
| R: AT, BE, CH, DE, ES, FR, GB, IT, LI, NL | |
| JP 06504556 | T2 19940526 JP 1991-501157 19911219 |
| AT 133703 | E 19960215 AT 1992-901089 19911219 |
| ES 2083147 | T3 19960401 ES 1992-901089 19911219 |
| PRAI DE 1991-4102745 | 19910130 |
| WO 1991-EP2449 | 19911219 |
| OS MARPAT 117:194076 | |
| AB A powd. surfactant compn., useful for replacing alkylbenzenesulfonates in detergent compns., is prepd. by spray drying an aq. slurry contg. 15-50 parts alkyl sulfate, 1-5 parts alkyl glycoside, and 45-80 parts inorg. carrier contg. ≥7% alkali metal silicate (>2 mol SiO ₂ /mol alkali metal oxide). A powder contg. C16-18-alkyl sulfate 40, C12-14-alkyl glucoside 2, Na silicate (3 mol SiO ₂ /mol Na ₂ O) 20, Na ₂ CO ₃ 8, Na ₂ SO ₄ 10, zeolite NaA 10, and water 10% was prepd. by spray drying at 145-160°. | |
| ST sulfate alkyl surfactant spray drying; glycoside alkyl sulfate spray drying; silicate alkyl sulfate spray drying; zeolite alkyl sulfate spray drying | |
| IT Detergents | |
| (surfactant compns. contg. alkyl sulfates for, powd., spray-dried) | |
| IT Zeolites, uses | |
| RL: USES (Uses) | |
| (NaA, surfactant compns. contg. alkyl sulfates and, powd., spray-dried) | |
| IT Glycosides | |
| RL: USES (Uses) | |
| (alkyl, surfactant compns. contg. alkyl sulfates and, powd., spray-dried) | |
| IT Drying | |
| (spray, of surfactant compns. contg. alkyl sulfate and glycoside) | |
| IT 1344-09-8 13870-30-9, Sodium silicate (Na ₂ Si ₃ O ₇) | |
| RL: USES (Uses) | |
| (surfactant compns. contg. alkyl sulfates and, powd., spray-dried) | |

IT 7664-93-9D, Sulfuric acid, alkyl esters, salts
RL: USES (Uses)
(surfactant compns. contg., powd., spray-dried)

⑬ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ **Offenl gungsschrift**
⑩ **DE 41 02 745 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 41 02 745.0
㉑ Anmeldetag: 30. 1. 91
㉒ Offenlegungstag: 6. 8. 92

⑮ Int. Cl.⁵:
C 11 D 10/02
C 11 D 11/02
C 11 D 1/83
// (C11D 10/02,1:14,
1:66,3:08,3:10,3:04,
3:12,3:395)D06L 1/12

DE 41 02 745 A 1

⑦① Anmelder:
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

⑦② Erfinder:
Seiter, Wolfgang, Dr., 4040 Neuss, DE; Pioch,
Lothar; Kiewert, Eva, Dr.; Kihn-Botulinski, Martina,
Dr., 4000 Düsseldorf, DE

⑤④ **Pulverförmige Tensidmischung**

⑤⑦ Bei einem Verfahren zur Herstellung pulverförmiger Tensidmischungen durch Sprühtrocknen wäßriger Mischungen der Inhaltsstoffe sollte üblicherweise verwendetes Alkylbenzolsulfonat durch umweltverträglicheres Tensid ersetzt werden, ohne daß es zur Selbstentzündung des sprühtrockneten Gutes kommt und dennoch schütt- und rieselfähige, nicht klumpende Pulverprodukte entstehen. Dies gelang dadurch, daß man 15 bis 50 Gewichtsteile Alkylsulfat der Formel R^1-OSO_3X , in der R^1 einen Alkylrest mit 10 bis 20 C-Atomen und X ein Alkali-, Ammonium- oder Alkylbeziehungsweise Hydroxyalkyl-substituiertes Ammoniumion bedeuten, 1 bis 5 Gewichtsteile Alkylglykosid der Formel $R^2-D(G)_n$, in der R^2 einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen, G eine Glykoseeinheit und n eine Zahl von 1 bis 10 bedeuten, wobei das Gewichtsverhältnis von Alkylsulfat zu Alkylglykosid 25 : 1 bis 8 : 1 beträgt, und 45 bis 80 Gewichtsteile eines anorganischen Trägermaterials, das zu mindestens 7 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid über 2 besteht, mit so viel Wasser mischt, daß eine pumpbare Mischung entsteht, und dieser durch Sprühtrocknung unter Verwendung von Trocknungsgasen mit Temperaturen unter 250°C das Wasser entzieht.

DE 41 02 745 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft pulverförmige, schütt- und rieselfähige Tensidmischungen, die Alkylsulfat, Alkylglykosid und anorganisches Trägermaterial enthalten, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung als Vorgemische (Compounds) zur Herstellung von partikelförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln.

Aus der internationalen Patentanmeldung WO 87/02 053 ist ein Verfahren zur Herstellung teilchenförmiger Waschmittel durch Trocknen einer 40 bis 80 prozentigen wäßrigen Aufschlämmung bekannt, die, bezogen auf entstehenden Feststoff, 2 bis 60 Gew.-% Tenside, die zu mindestens 0,1 Gew.-% aus Alkylglykosiden bestehen, wobei die Gesamtmenge an Alkylglykosiden höchstens 2 Gew.-% beträgt, 5 bis 70 Gew.-% Builder-substanzen und bis zu 40 Gew.-% wasserlösliche Füllstoffe enthält. In derartigen Aufschlämmungen wirken die Alkylglykoside als Viskositäts erniedriger. Bevorzugt eingesetzte Tenside sind anionische Tenside, insbesondere solche vom Typ der Alkylbenzolsulfonate, und nichtionische Tenside, insbesondere ethoxylierte Fettalkohole. Der Entzug des Wassers aus der Aufschlämmung wird vorzugsweise durch Sprühtrocknen erreicht.

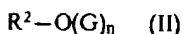
Der Einsatz von Alkylbenzolsulfonat in Wasch- und Reinigungsmitteln wird in neuerer Zeit wegen der Erdöl-Basis dieses Tensids in Frage gestellt. Als umweltverträglichere Tenside mit vergleichbar guten Reinigungseigenschaften kommen zum Beispiel Sulfatierungsprodukte von aus nachwachsenden Rohstoffen zugänglichen Verbindungen, insbesondere Fettalkoholen, in Betracht. Während allerdings alkylbenzolsulfonathaltige wäßrige Aufschlämmungen problemlos bei den in derartigen Verfahren üblichen Temperaturen, normalerweise etwa 250°C bis 350°C, sprühgetrocknet werden können, besteht bei wäßrigen Aufschlämmungen, welche die gleiche Menge an Alkylsulfaten enthalten, die Gefahr der Selbstentzündung.

Es bestand daher die Aufgabe, ein Verfahren zu entwickeln, welches die Herstellung alkylbenzolsulfonatreier pulverförmiger Tensidmischungen durch Sprühtrocknen einer wäßrigen Aufschlämmung unter Vermeidung der genannten Probleme erlaubt.

Diese Aufgabe wird durch das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung pulverförmiger Tensidmischungen gelöst, das im wesentlichen darin besteht, daß man 15 bis 50 Gewichtsteile Alkylsulfat der Formel I,



in der R^1 einen Alkylrest mit 10 bis 20 C-Atomen und X ein Alkali-, Ammonium- oder Alkyl- beziehungsweise Hydroxyalkyl-substituiertes Ammoniumion bedeuten, 1 bis 5 Gewichtsteile Alkylglykosid der Formel II,



in der R^2 einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen, G eine Glykoseeinheit und n eine Zahl von 1 bis 10 bedeuten, wobei das Gewichtsverhältnis von Alkylsulfat zu Alkylglykosid 25:1 bis 8:1, vorzugsweise 20:1 bis 10:1 beträgt, und 45 bis 80 Gewichtsteile eines anorganischen Trägermaterials, das zu mindestens 7 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid über 2 besteht, mit so viel Wasser mischt, daß eine bei Temperaturen unter 80°C fließfähige und pumpbare Mischung mit einer Viskosität von 3000 mPa·s bis 15 000 mPa·s, gemessen bei 60°C bis 75°C, entsteht, und dieser durch

Sprühtrocknung unter Verwendung von Trocknungsgasen mit Temperaturen unter 250°C das Wasser soweit entzieht, daß ein pulverförmiges, rieselfähiges Produkt entsteht. Dies ist in der Regel bei Wassergehalten im Pulverprodukt von nicht mehr als 15 Gew.-%, insbesondere von 5 Gew.-% bis 15 Gew.-% der Fall. In Formulierungen, in denen das Trägermaterial einen Teil des Wassers als Kristallwasser bindet, bezieht sich der Rest-Wassergehalt auf das freie, nicht im Kristallgitter gebundene Wasser.

Vorzugsweise wird das Verfahren derart ausgeführt, daß man 20 bis 40 Gewichtsteile Alkylsulfat gemäß Formel I, 2 bis 4 Gewichtsteile Alkylglykosid gemäß Formel II und 48 bis 68 Gewichtsteile des anorganischen Trägermaterials mit so viel Wasser mischt, daß eine mindestens 35 Gew.-%, insbesondere 40 Gew.-% bis 50 Gew.-% Wasser enthaltende Mischung entsteht.

Das anorganische Trägermaterial besteht vorzugsweise zu 20 bis 50 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid über 2, insbesondere von 2,5 bis 3,5. Bevorzugtes Alkalimetall ist hierbei Natrium. Zusätzlich zum Alkalisilikat können weitere wasserlösliche und nach dem Trocknen partikelförmige anorganische Trägermaterialien eingesetzt werden. Besonders geeignet sind die Alkalicarbonate, -hydrogencarbonate und -sulfate sowie deren Gemische. Auch die Einarbeitung wasserunlöslicher Trägermaterialien, zu denen insbesondere Schichtsilikate, beispielsweise Bentonite oder Smectite, und Alumosilikate, beispielsweise Zeolithe, gehören, ist möglich.

Die Sprühtrocknung der wäßrigen Aufschlämmungen erfolgt in üblicherweise dafür vorgesehenen Apparaturen, sogenannten Sprühtürmen, in deren oberem Teil die Aufschlämmung durch Druckdüsen zu feinen Tröpfchen versprüht wird, die sich unter Einwirkung der Schwerkraft in den unteren Teil des Sprühturms bewegen und dabei mit heißen Trocknungsgasen in Kontakt kommen, die im Gleichstrom oder vorzugsweise im Gegenstrom zu den zu trocknenden Partikeln geführt werden. Dabei ist darauf zu achten, daß die Temperatur der Trocknungsgase nicht so hoch liegt, daß die Temperatur der sprühgetrockneten Partikel über die Selbstentzündungstemperatur dieser Partikel steigt. Im Rahmen der Erfindung bedeutet dies, daß die Temperatur der Trocknungsgase einen Wert von 250°C nicht überschreitet und vorzugsweise im Bereich von 120°C bis 240°C, insbesondere von 140°C bis 210°C liegt, wobei die Trocknungsgastemperatur an der heißesten Stelle des Trockenturms, dem sogenannten Ringkanal, gemessen wird.

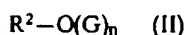
Bei der Zubereitung der zu den erfindungsgemäßen Mischungen führenden Aufschlämmungen ist die Einarbeitung wäßriger, in der Regel 30- bis 60gewichtsprozentiger Alkylglykosid-Pasten, wie sie im Rahmen der Alkylglykosid-Herstellung und gegebenenfalls anschließendem Bleichen üblicherweise anfallen, möglich. Ebenso kann die Alkylsulfat-Komponente und insbesondere die Träger-Komponente als wäßrige Lösung oder Aufschlämmung eingesetzt werden. Um die leichte Fließ- und Pumpfähigkeit der zu versprühenden Aufschlämmung bei Temperaturen unter 80°C zu gewährleisten, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn mindestens etwa 35 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 50 Gew.-% Wasser in der zu trocknenden Aufschlämmung vorhanden ist. Dabei ist als weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens die mit Werten im Bereich von 3000 mPa·s bis 15 000 mPa·s bei Temperaturen von 60°C bis 75°C überraschend niedrige Viskosität der zu den erfindungsgemäßen Compounds führenden Aufschlämmun-

gen gegenüber Aufschlammungen, die statt Alkylsulfat die gleiche Menge Alkylbenzolsulfonat enthalten, zu werten.

Die durch das erfindungsgemäße Verfahren hergestellten erfindungsgemäßen pulverförmigen, schütt- und rieselfähigen Tensidmischungen enthalten 15 bis 50 Gew.-% Alkylsulfat der Formel I,



in der R^1 einen Alkylrest mit 10 bis 20 C-Atomen und X ein Alkali-, Ammonium- oder Alkyl- beziehungsweise Hydroxyalkyl-substituiertes Ammoniumion bedeuten, 1 bis 5 Gew.-% Alkylglykosid der Formel II,



in der R^2 einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen, G eine Glykoseeinheit und n eine Zahl von 1 bis 10 bedeuten, wobei das Gewichtsverhältnis von Alkylsulfat zu Alkylglykosid 25:1 bis 8:1 beträgt, und 45 bis 80 Gew.-% eines anorganischen Trägermaterials, das zu mindestens 7 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid größer 2 besteht.

Als für den Einsatz in den erfindungsgemäßen Compounds geeignete Alkylsulfate kommen die Verbindungen der Formel I, in der R^1 einen Alkylrest mit 10 bis 20 C-Atomen und X ein Alkali-, Ammonium- oder Alkyl- beziehungsweise Hydroxyalkyl-substituiertes Ammoniumion bedeuten, in Frage. Besonders geeignet sind die Derivate der Fettalkohole mit insbesondere 12 bis 18 C-Atomen und deren verzweigt-kettiger Analogen, der sogenannten Oxoalkohole. Die Alkylsulfate können in bekannter Weise durch Reaktion der entsprechenden Alkoholkomponente mit einem üblichen Sulfatierungsreagenz, insbesondere Schwefeltrioxid oder Chlorsulfonsäure, und anschließende Neutralisation mit Alkali-, Ammonium- oder Alkyl- beziehungsweise Hydroxyalkyl-substituierten Ammoniumbasen hergestellt werden. Derartige Alkylsulfate sind in den erfindungsgemäßen Compounds in Mengen von 15 Gew.-% bis 50 Gew.-%, vorzugsweise von 20 Gew.-% bis 40 Gew.-% enthalten.

Die zur Einarbeitung in die erfindungsgemäßen Compounds geeigneten Alkylglykoside sind Verbindungen der allgemeinen Formel II, in der R^2 einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen, G eine Glykoseeinheit und n eine Zahl zwischen 1 und 10 bedeuten. Derartige Alkylglykoside und ihre Herstellung werden zum Beispiel in den europäischen Patentanmeldungen EP 92 355, EP 3 01 298, EP 3 57 969 und EP 3 62 671 oder der US-amerikanischen Patentschrift US 35 47 828 beschrieben. Bei der Glykosidkomponente $(G)_n$ in Formel II) derartiger Alkylglykoside handelt es sich um Oligo- oder Polymere aus natürlich vorkommenden Aldose- oder Ketose-Monomeren, zu denen insbesondere Glucose, Mannose, Fruktose, Galaktose, Talose, Gulose, Altrose, Allose, Idose, Ribose, Arabinose, Xylose und Lyxose gehören. Die aus derartigen glykosidisch verknüpften Monomeren bestehenden Oligomere werden außer durch die Art der in ihnen enthaltenen Zucker durch deren Anzahl, den sogenannten Oligomerisierungsgrad, charakterisiert. Der Oligomerisierungsgrad (n in Formel II) nimmt als analytisch zu ermittelnde Größe im allgemeinen gebrochene Zahlenwerte an; er liegt bei Werten zwischen 1 und 10, bei den vorzugsweise eingesetzten Alkylglykosiden unter einem Wert von 1,5, insbesondere zwischen 1,2 und 1,4. Bevorzugter Monomer-Baustein ist wegen der guten Verfügbarkeit Glucose.

Der Alkylteil (R^2 in Formel II) der in den erfindungsgemäßen Tensidmischungen enthaltenen Alkylglykoside stammt bevorzugt ebenfalls aus leicht zugänglichen Derivaten nachwachsender Rohstoffe, insbesondere aus Fettalkoholen, obwohl auch deren verzweigt-kettige Isomere, insbesondere sogenannte Oxoalkohole, zur Herstellung verwendbarer Alkylglykoside eingesetzt werden können. Brauchbar sind demgemäß insbesondere die primären Alkohole mit linearen Octyl-, Decyl-, Dodecyl-, Tetradecyl-, Hexadecyl- oder Octadecylresten sowie deren Gemische. Besonders geeignete Alkylglykoside enthalten einen Kokosfettalkylrest, das heißt Mischungen mit im wesentlichen R^1 =Dodecyl und R^1 =Tetradecyl. Die Alkylglykoside können herstellungsbedingt geringe Mengen, beispielsweise 1 bis 2%, an nicht umgesetztem freiem Fettalkohol enthalten, was sich nicht nachteilig auf die Eigenschaften der damit hergestellten Compounds auswirkt.

Derartige Alkylglykoside sind in den erfindungsgemäßen Compounds in Mengen von 1 Gew.-% bis 5 Gew.-%, vorzugsweise von 2 Gew.-% bis 4 Gew.-% enthalten, wobei das Gewichtsverhältnis von Alkylsulfat zu Alkylglykosid 25:1 bis 8:1, vorzugsweise 20:1 bis 10:1 beträgt.

Darüber hinaus können die erfindungsgemäßen Gemische weitere Tenside, vorzugsweise nichtionische Tenside und/oder Aniontenside und unter diesen insbesondere solche des Sulfat- oder Sulfonat-Typs, in Mengen von vorzugsweise nicht über 10 Gew.-%, insbesondere von 1 Gew.-% bis 5 Gew.-%, enthalten. Zu den zusätzlich brauchbaren Tensiden vom Sulfat-Typ gehören die sulfatierten Alkoxylierungsprodukte der genannten Alkohole, sogenannte Ethersulfate. Vorzugsweise enthalten derartige Ethersulfate 2 bis 30, insbesondere 4 bis 10, Ethylenglykol-Gruppen pro Molekül. Zu den geeigneten Aniontensiden gehören auch die durch Umsetzung von Fettsäureestern mit Schwefeltrioxid und anschließender Neutralisation erhältlichen α -Sulfoester, insbesondere die sich von Fettsäuren mit 8 bis 22 C-Atomen, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen, und linearen Alkoholen mit 1 bis 6 C-Atomen, vorzugsweise 1 bis 4 C-Atomen, ableitenden Sulfonierungsprodukte.

Zu den in Frage kommenden nichtionischen Tensiden gehören die Alkoxylate, insbesondere die Ethoxylate und/oder Propoxylate von linearen oder verzweigt-kettigen Alkoholen mit 10 bis 22 C-Atomen, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen. Der Alkoxylierungsgrad der Alkohole liegt dabei zwischen 1 und 20, vorzugsweise zwischen 3 und 10. Sie können in bekannter Weise durch Umsetzung der entsprechenden Alkohole mit den entsprechenden Alkylenoxiden hergestellt werden. Geeignet sind insbesondere die Derivate der Fettalkohole, obwohl auch deren verzweigt-kettige Isomere, insbesondere sogenannte Oxoalkohole, zur Herstellung verwendbarer Alkoxylate eingesetzt werden können. Brauchbar sind demgemäß insbesondere die Ethoxylate primärer Alkohole mit linearen Dodecyl-, Tetradecyl-, Hexadecyl- oder Octadecylresten sowie deren Gemische. Außerdem sind entsprechende Ethoxylierungs- und/oder Propoxylierungsprodukte von Alkylaminen, vicinalen Diolen und Carbonsäureamiden, die hinsichtlich des Alkylteils den genannten Alkoholen entsprechen, verwendbar.

Trägersubstanzen sind in den erfindungsgemäßen Mischungen in Mengen von 45 Gew.-% bis 80 Gew.-%, vorzugsweise von 48 Gew.-% bis 68 Gew.-% enthalten, wobei wesentlich ist, daß mindestens 7 Gew.-% des Trägermaterials, vorzugsweise 20 Gew.-% bis 45 Gew.-%,

aus dem genannten Alkalisilikat bestehen.

Zusätzlich können die erfindungsgemäßen Mischungen weitere in Wasch- und Reinigungsmitteln übliche Bestandteile enthalten, die unter den Trocknungsbedingungen stabil sind. Zu diesen fakultativen Bestandteilen gehören insbesondere Komplexbildner für Schwermetalle, beispielsweise Aminopolycarbonsäuren und/oder Polyphosphonsäuren, Vergrauungsinhibitoren, beispielsweise Celluloseether, Cobuilder, beispielsweise Polymerpolycarbonsäuren, Schauminhibitoren, beispielsweise Organopolysiloxane oder Paraffine, und optische Aufheller, beispielsweise Stilbendisulfonsäurederivate.

Die erfindungsgemäßen pulverförmigen Tensidmischungen werden insbesondere als schütt- und rieselfähige Vorprodukte (Compounds) für die Herstellung von partikelförmigen Wasch- oder Reinigungsmitteln verwendet.

Zur Verwendung als Vorgemische für die Herstellung pulverförmiger Wasch- und Reinigungsmittel sollten die erfindungsgemäßen Compounds mittlere Korngrößen von vorzugsweise 0,2 mm bis 0,4 mm aufweisen und weitgehend frei von Teilchen mit Durchmessern über 2 mm oder unter 50 µm sein. Diese Grenzen werden von den durch Sprühtrocknen erhaltenen Compounds normalerweise eingehalten, ansonsten können Partikel außerhalb dieses Größenbereichs durch einfaches Aussieben entfernt und in den Herstellungsprozeß zurückgeführt werden. Vorzugsweise liegt die Schüttdichte der erfindungsgemäßen Compounds zwischen 120 und 500 Gramm pro Liter und kann damit durchaus wesentlich von derjenigen der übrigen pulverförmigen Bestandteile eines fertigen Wasch- oder Reinigungsmittels abweichen, normalerweise ohne Auftreten von Entmischung.

Die erfindungsgemäßen Compounds sind rieselfähige, freifließende Pulver, die ihre vorteilhaften Eigenschaften auch bei längerer Lagerung nicht verlieren. Zur Herstellung von Reinigungs- oder Waschmitteln können die erfindungsgemäßen Compounds in im Prinzip bekannter Weise mit sonstigen in derartigen Mitteln üblichen pulverförmigen Bestandteilen vermischt werden, zu denen insbesondere Abrasivstoffe, beispielsweise Quarzmehl, Bleichmittel, beispielsweise Perborate oder Percarbonate, und Bleichaktivatoren, beispielsweise mehrfach acylierte Alkylendiamine, Carbonsäureanhydride oder mehrfach acylierte Polyole, gehören. Auch das Aufsprühen von flüssigen, verflüssigten oder gelösten Inhaltsstoffen, beispielsweise Enzymen, Farbstoffen, Duftstoffen oder weiteren Tensiden, insbesondere nichtionischen Tensiden, auf die erfindungsgemäßen Compounds ist in im Prinzip bekannter Weise möglich.

Beispiele

Beispiel 1

Durch Erwärmen der Alkylglykosid-Komponente auf ca. 60°C, Zugabe zur wäßrigen Alkylsulfat-Lösung und Zugabe der weiteren Komponenten unter Rühren, wobei der Zeolith in Form einer ca. 50-gewichtsprozentigen wäßrigen Aufschlämmung eingesetzt wurde und das Natriumsilikat in Form einer ca. 35-gewichtsprozentigen Wasserglas-Lösung als letzte Komponente zugegeben wurde, wurden aus den in Tabelle 1 angegebenen Rohstoffen wäßrige Aufschlämmungen erzeugt, die 40 bis 44 Gew.-% Wasser enthielten. Diese Slurries,

Tabelle 1

Pulverzusammensetzung [Gew.-%]

| | M1 | M2 | M3 | M4 |
|------------------------------|----|----|----|----|
| Alkylglykosid ^{a)} | 2 | 2 | 2 | 2 |
| Alkylsulfat ^{b)} | 40 | 28 | 20 | 20 |
| Polyethoxylat ^{c)} | — | 2 | — | — |
| Natriumsilikat ^{d)} | 20 | 12 | 20 | 5 |
| Natriumcarbonat | 8 | 24 | 27 | 43 |
| Natriumsulfat | 10 | 10 | 10 | 10 |
| Zeolith Na-A | 10 | 10 | 10 | 10 |
| Polycarboxylat ^{e)} | — | 3 | — | — |
| Wasser | 10 | 9 | 11 | 10 |

a) C_{12/14}-Alkylglucosid, Polymerisationsgrad 1,4

b) Lineares C_{16/18}-Alkylsulfat (Sulfofon® T, Hersteller Henkel)

c) 3- bis 5-fach ethoxylierter C₁₂₋₁₈-Alkohol (Dehydol® LST, Hersteller Henkel)

d) Verhältnis SiO₂ zu Na₂O : 3,0

e) Acrylsäure/Maleinsäure-Copolymer (Sokalan® CP 5, Hersteller BASF)

die bei 65°C die in Tabelle 2 angegebenen Viskositäten aufwiesen, wurden auf Temperaturen von etwa 60°C bis 80°C erwärmt und unter einem Druck von 40 bar in einem Trockenturm versprüht, wobei Heißluft (Temperatur 145°C bis 160°C im Ringkanal) im Gegenstrom geführt wurde. Dabei wurden die in Tabelle 1 durch ihre Zusammensetzung charakterisierten rieselfähigen Pulver mit mittleren Korngrößen um 300 µm erhalten, die frei von Teilchen über 1,6 mm Durchmesser waren, Staubanteile von 0,1 bis 0,65 Gew.-% aufwiesen und Schüttdichten von 145 bis 270 Gramm pro Liter besaßen.

Tabelle 2

Viskosität [mPa · s] der Aufschlämmungen bei 65°C

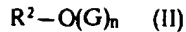
| Slurry für Compound | Konzentration [Gew.-%] | Viskosität [mPa · s] |
|---------------------|------------------------|----------------------|
| M1 | 58 | 4800 |
| M2 | 60 | 7000 |
| M3 | 60 | 4700 |
| M4 | 60 | 5200 |

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung pulverförmiger Tensidmischungen durch Trocknen fließfähiger, wäßriger, tensidhaltiger Mischungen, **dadurch gekennzeichnet**, daß man 15 bis 50 Gewichtsteile Alkylsulfat der Formel I,



in der R¹ einen Alkylrest mit 10 bis 20 C-Atomen und X ein Alkali-, Ammonium- oder Alkyl- beziehungsweise Hydroxyalkyl-substituiertes Ammoniumion bedeuten, 1 bis 5 Gewichtsteile Alkylglykosid der Formel II,



in der R^2 einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen, G eine Glykoseeinheit und n eine Zahl von 1 bis 10 bedeuten, wobei das Gewichtsverhältnis von Alkylsulfat zu Alkylglykosid 25:1 bis 8:1 beträgt, und 45 bis 80 Gewichtsteile eines anorganischen Trägermaterials, das zu mindestens 7 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid über 2 besteht, mit so viel Wasser mischt, daß eine bei Temperaturen unter 80°C fließfähige und pumpbare Mischung mit einer Viskosität von 3000 mPa·s bis 15 000 mPa·s, gemessen bei 60°C bis 75°C, entsteht, und dieser durch Sprühtrocknung unter Verwendung von Trocknungsgasen mit Temperaturen unter 250°C das Wasser soweit entzieht, daß ein pulverförmiges, rieselfähiges Produkt entsteht.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man 20 bis 40 Gewichtsteile Alkylsulfat gemäß Formel I, 2 bis 4 Gewichtsteile Alkylglykosid gemäß Formel II und 48 bis 68 Gewichtsteile des anorganischen Trägermaterials mit so viel Wasser mischt, daß eine mindestens 35 Gew.-%, insbesondere 40 Gew.-% bis 50 Gew.-% Wasser enthaltende Mischung entsteht.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis von Alkylsulfat zu Alkylglykosid 20:1 bis 10:1 beträgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man Trocknungsgase mit Temperaturen von 120°C bis 240°C, insbesondere von 140°C bis 210°C einsetzt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das anorganische Trägermaterial zu 20 bis 50 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid über 2, insbesondere von 2,5 bis 3,5 besteht.

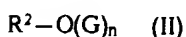
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das anorganische Trägermaterial zusätzlich zu dem Alkalisilikat ein Alkalicarbonat, Alkalihydrogencarbonat, Alkalisulfat, Schichtsilikat oder Alumosilikat oder ein Gemisch aus diesen enthält.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man der fließfähigen wäßrigen Mischung das Wasser durch Sprühtrocknung soweit entzieht, daß das entstehende pulverförmige Produkt nicht mehr als 15 Gew.-%, insbesondere 5 Gew.-% bis 15 Gew.-% Wasser enthält.

8. Pulverförmige, schütt- und rieselfähige Tensidmischung, die durch Sprühtrocknen unter Verwendung von Trocknungsgasen mit Temperaturen unter 250°C einer gießfähigen wäßrigen Mischung ihrer Bestandteile erhalten wird, und die 15 bis 50 Gew.-% Alkylsulfat der Formel I,



in der R^1 einen Alkylrest mit 10 bis 20 C-Atomen und X ein Alkali-, Ammonium- oder Alkyl- beziehungsweise Hydroxyalkyl-substituiertes Ammoniumion bedeuten, 1 bis 5 Gew.-% Alkylglykosid der Formel II,



in der R^2 einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen, G

eine Glykoseeinheit und n eine Zahl von 1 bis 10 bedeuten, wobei das Gewichtsverhältnis von Alkylsulfat zu Alkylglykosid 25:1 bis 8:1 beträgt, und 45 bis 80 Gew.-% eines anorganischen Trägermaterials enthält, das zu mindestens 7 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid größer 2 besteht.

9. Tensidmischung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß sie 20 bis 40 Gew.-% Alkylsulfat gemäß Formel I, 2 bis 4 Gew.-% Alkylglykosid gemäß Formel II, 48 bis 68 Gew.-% Trägermaterial und nicht mehr als 15 Gew.-%, insbesondere 5 bis 15 Gew.-% Wasser enthält.

10. Tensidmischung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß das anorganische Trägermaterial zu 20 Gew.-% bis 50 Gew.-% aus Alkalisilikat mit einem Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid größer 2 besteht.

11. Tensidmischung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkalisilikat ein Molverhältnis SiO_2 zu Alkalioxid von 2,5 bis 3,5 aufweist.

12. Tensidmischung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylsulfat der Formel I einen Alkylrest R^1 mit 12 bis 18 C-Atomen besitzt.

13. Tensidmischung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Alkylglykosid der Formel II ein Alkylglucosid ist und einen Oligomerisierungsgrad n unter 1,5, insbesondere von 1,2 bis 1,4, besitzt.

14. Verwendung einer pulverförmigen Tensidmischung gemäß einem der Ansprüche 8 bis 13 als schütt- und rieselfähiges Vorgemisch zur Herstellung von partikelförmigen Wasch- oder Reinigungsmitteln.